

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-074015

(43)Date of publication of application : 19.03.1996

(51)Int.Cl. C22F 1/06  
 B22C 9/00  
 B22D 17/00  
 C22C 21/00  
 C22C 23/00

(21)Application number : 06-251148

(71)Applicant : UBE IND LTD

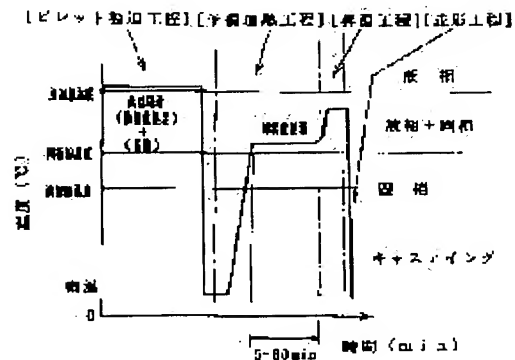
(22)Date of filing : 09.09.1994

(72)Inventor : ADACHI MITSURU  
 SASAKI HIROTO

## (54) METHOD FOR MOLDING HALF MOLTEN METAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To simply and easily obtain a blank, such as fine equiaxial crystal and to press mold this blank in the state of having a spheroidized structure by casting and heating up the melt of a light alloy having the compsn. within the max. solubility limit under specific conditions. CONSTITUTION: The melt of the magnesium alloy or the aluminum alloy having the compsn. within the max. solubility limit is cast at a solidification section cooling rate of  $\geq 1.0^{\circ}\text{C}/\text{sec}$  in a temp. region not exceeding  $30^{\circ}\text{C}$  from the liquidus line. As a result, a billet having the fine equiaxial crystal is obtd. The billet is heated up at a speed of  $\geq 0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  from the melting temp. up to the solidus line temp. and is further heated up to the half melting temp. region exceeding the solidus line and is held at the region for 5 to 60 minutes. As a result, the primary crystal is spheroidized. Next, the heating up is continued up to the molding temp. below the liquidus line and the molten metal made into the half molten state is supplied to metal molds for molding and is subjected to rapid cooling and press molding, by which molded goods are obtd.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.11.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3216684

[Date of registration] 03.08.2001

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-74015

(43) 公開日 平成8年(1996)3月19日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 F 1/06				
B 2 2 C 9/00	E			
B 2 2 D 17/00	B			
C 2 2 C 21/00	Z			
23/00				

審査請求 未請求 請求項の数 4 書面 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平6-251148

(22) 出願日 平成6年(1994)9月9日

(71) 出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

(72) 発明者 安達 充

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

宇部興産株式会社宇部機械製作所内

(72) 発明者 佐々木 寛人

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

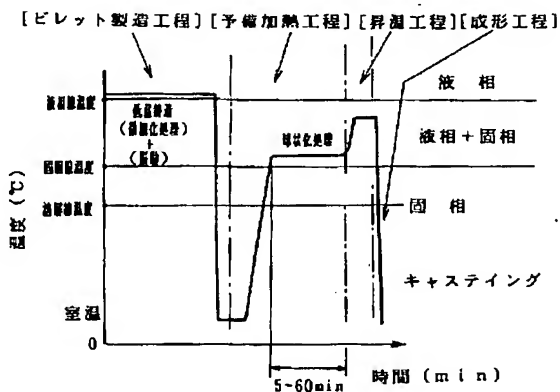
宇部興産株式会社宇部機械製作所内

(54) 【発明の名称】 半溶融金属の成形方法

(57) 【要約】

【目的】 マグネ合金やアルミ合金など軽金属を簡便容易に、かつ、低コストで加圧成形する。

【構成】 最大固溶限内の組成のマグネ合金またはアルミ合金であって、ビレット用金型給湯温度は過熱度が液相線以上で、かつ、30℃を超えない温度領域から、1.0℃/秒の冷却速度で溶湯を冷却固化してビレットを鋳造後、溶解度線と固相線で囲まれる領域を0.5℃/min以上で昇温し、さらに固相線を超える温度まで昇温して5分～60分間保持して初晶を球状化した後、液相線以下の成形温度までさらに昇温し、半溶融状態になった溶湯を成形用金型に供給して加圧成形する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 最大固溶限内の組成のマグネ合金またはアルミ合金であって、ビレット用金型給湯時の温度は過熱度が液相線以上で、かつ、該液相線より30℃を超えない温度領域であり、かつ、1.0℃/秒以上の凝固区間冷却速度で該金型内で前記マグネ合金またはアルミ合金の溶湯を冷却固化してビレットを製造した後、該ビレットを溶解度線から固相線温度までを0.5℃/min以上の速度で昇温し、さらに固相線を超える温度領域まで昇温するとともに5分～60分間保持して初晶を球状化した後、液相線以下の成形温度までさらに昇温し、半溶融状態になった溶湯を成形用金型に供給して加圧成形することを特徴とする半溶融金属の成形方法。

【請求項2】 マグネ合金は、Srを0.005～0.1%添加したマグネ合金、またはCaを0.01～1.5%添加したマグネ合金、またはSiを0.01～1.5%およびSrを0.005～0.1%添加したマグネ合金のいずれかとした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項3】 アルミ合金は、Bを0.001～0.01%およびTiを0.005～0.30%添加したアルミ合金とした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項4】 ビレット用金型を給湯方向に対して略直角方向に微小振動させながら給湯する請求項1、請求項2、または請求項3記載の半溶融金属の成形方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、マグネ合金やアルミ合金など半溶融金属の成形方法に係り、特に従来鋳造法の改良によって得られた微細等軸晶を有するビレットを半溶融温度領域まで加熱し、球状化組織を保有した状態で加圧成形する半溶融金属の成形方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】チクソキャスト法は、従来の鋳造法に比べて鋳造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法(A)において使用されるビレットは、半溶融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られたものである。これに対して、従来鋳造法による素材を用いて半溶融成形する方法も知られている。これは、例えば、微細化処理を施したマグネ合金をチクソ成形する方法ではZrを添加する方法(B)や炭素系微細化剤を使用する方法(C)がある。また、固相線近くの温度まで比較的急速に加熱した後、素材全体の温度を均一にし局所的な溶融を防ぐために固相線を超えて材料が柔らかくなる適当な温度まで緩やかに加熱して成形する方法(D)が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述した(A)の方法は、攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も作業が煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。また、(B)の場合には、Zrが高コスト的に問題であり、(C)の方法では、炭化物系微細化剤を使用してその微細化効果を十分に発揮させるためには、酸化防止元素であるBeを、例えば、7ppm程度に低く管理する必要があり、成形直前の加熱処理時に酸化燃焼しやすく、作業上不都合である。さらに、(D)の方法では、固相線を超えてから緩やかに加熱して素材の均一加熱と球状化を図ることを特徴とするチクソ成形法が提案されているが、通常のデンドライド組織を加熱してもチクソ組織(初晶デンドライドが球状化されている)には変化しない。本発明は、上述の従来の各方法の問題点に着目し、煩雑な方法を採用することなく簡便容易に微細等軸晶を有する素材を得て、該素材に所定の熱処理を施した後、半溶融金属を成形する方法を提供することを目的とするものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】このような課題を解決するために、本発明においては、最大固溶限内の組成のマグネ合金またはアルミ合金であって、ビレット用金型給湯時の温度は過熱度が液相線以上で、かつ、該液相線より30℃を超えない温度領域であり、かつ、1.0℃/秒以上の凝固区間冷却速度で該金型内で前記マグネ合金またはアルミ合金の溶湯を冷却固化してビレットを製造した後、該ビレットを溶解度線から固相線温度までを0.5℃/min以上の速度で昇温し、さらに固相線を超える温度領域まで昇温するとともに5分～60分間保持して初晶を球状化した後、液相線以下の成形温度までさらに昇温し、半溶融状態になった溶湯を成形用金型に供給して加圧成形することとした。また、第2の発明では、マグネ合金は、Srを0.005～0.1%添加したマグネ合金、またはCaを0.01～1.5%添加したマグネ合金、またはSiを0.01～1.5%およびSrを0.005～0.1%添加したマグネ合金のいずれかに特定し、さらに第3の発明では、アルミ合金は、Bを0.001～0.01%およびTiを0.005～0.30%添加したアルミ合金とした。また、第4の発明では、ビレット用金型を給湯方向に対して略直角方向に微小振動させながら給湯する構成とした。

## 【0005】

【作用】最大固溶限内の組成のマグネ合金またはアルミ合金の溶湯温度を、液相線温度に対して過熱度を30℃未満にし、1℃/秒以上の凝固区間冷却速度で鋳造することにより、微細な等軸晶を有する鋳造素材を得ることができる。同素材を溶解度線から固相線温度までを0.5℃/min以上の速度で昇温し、さらに固相線を超える半溶融温度領域に昇温するとともに5分～60分間保持することにより、初晶が容易に球状化し均質な組織の

成形体が加圧成形により得られる。

【0006】

【実施例】以下図面に基つて本発明の実施例の詳細について説明する。図1～図5は本発明の実施例に係り、図1は半熔融金属の成形方法を示す工程説明図、図2は蛇型試料用金型の正面図、図3は代表的なマグネ合金の平衡状態図、図4は代表的なアルミ合金の平衡状態図、図5は成形品の金属組織を示す顕微鏡写真を示す。また、図6は従来鋳造法により得られた比較例の金属組織を示す顕微鏡写真を示す。本発明においては、マグネ合金またはアルミ合金を対象として、図1や図3、図4に示すように、まず、最大固溶限内の組成を有するマグネ合金またはアルミ合金（以下軽金属と称する）を、温度がビレット用金型へ給湯する時液相線以上で、しかも、液相線より30℃を超えない温度領域内の状態にして、ビレット用金型へ静かに注入する。ビレット用金型内における溶湯の冷却速度は1.0℃/秒以上に管理する。このようにして、冷却固化して室温となって得られたビレットを、次に室温から、溶解度線から固相線温度までの領域（平衡状態図の三角形領域）まで0.5℃/min以上の速度で昇温し、さらに固相線を超える温度領域まで昇温してこの温度状態で5分～60分間保持すると、金属組織中の初晶は球状化する。次に、液相線以下の成形温度までさらに昇温を続け、半熔融状態となった溶湯を成形用金型に供給して急速な冷却を行うとともに加圧成形して成形品をつくる。図1に示す本発明と、図7に示す従来のチクソ鋳造法の違いは図より明らかである。なお、球状化処理温度において、適当な液相率が得られる場合は、さらに昇温することなくこの温度において直ちに成形してもよい。

【0007】上述した各工程、すなわち、図1に示すビレット製造工程、予備加熱工程、昇温工程、成形工程のそれぞれにおいて設定された鋳造条件、昇温条件、球状化処理条件や第2発明や第3発明で示した数値限定理由について以下に説明する。

【0008】鋳造温度が融点に対して30℃を超えれば、あるいは凝固区間冷却速度が1℃/秒未満であれば、微細化剤がたとえ含まれても十分に微細な等軸晶が得られない。このため、鋳造温度は液相線に対する過熱度が30℃未満とし、凝固区間冷却速度は1℃/秒以上とする。溶解度線から固相線までを0.5℃/min未満の速度で昇温すれば、凝固時に生成された非平衡凝固相が一旦固溶してしまい、固相線を超えた時に融解しにくい。このため、0.5℃/min以上で溶解度線から固相線迄を昇温する。固相線を超える温度での保持時間が5分未満であれば、初晶の球状化が不十分であり、また60分を超えても球状の効果は大きく変化せずむしろ粗大化の傾向がある。このため、固相線を超える半熔融温度領域での保持時間は5～60分とする。Srが0.005%未満であれば、微細化効果は小さく、0.1%

を超えて添加してもそれ以上の効果が期待できないので、Srは0.005～0.1%とする。0.005%～0.1%のSrに0.01～1.5%のSiを複合添加することによりSr単独添加よりもさらに微細な結晶粒が得られる。Siが0.01%未満ではその効果は小さく、1.5%を超えれば初晶のMg<sub>2</sub>Siが発生し機械的性質が低下する。0.05%未満のCaでは結晶粒が十分に微細化せず、0.3%を超えても、それ以上の効果が期待できないので、Caは0.05～0.3%とする。Tiが0.005%未満では微細化効果は小さく、0.30%を超えれば粗大なTi化合物が発生し延性が低下するので、Tiは0.005～0.3%とする。BはTiと相俟って微細化を促進するが、0.001%未満であれば結晶粒が微細化せず、0.01%を超えて添加してもそれ以上の効果が期待できないので、Bは0.001～0.01%とする。

【0009】次に、第4発明では、ビレット用金型に溶湯を給湯する時、給湯方向とほぼ直角方向に、例えば、加速度1～200G（ガル）、振幅1μm～10mm程度の微小振動をビレット用金型に与える。加振方法はエアバイブレーションや電磁バイブレーションなどどのようなものでもよい。このような微小振動を給湯時に溶湯に与えると、より微細な結晶粒の素材が得られ好ましい。

【0010】図2は、試験片採取用の蛇型試料用金型1の正面図であり、ゲート3より溶湯を注入し、内部に発生したガスはエアイベント2より脱気する。本発明により蛇型試料用金型1を用いて成形された各種の試験片の比較表を表1に示す。表1に示すものは、各種の合金における鋳造温度、微小振動の有無、昇温速度、球状化処理条件（温度、時間）などによって、成形品の均質性に有意差が見られることを示しており、本発明のサンプル（番号1～8）が、比較例（番号9～12）に比べて優れていることがわかる。本発明のサンプルは図5に示されるように、比較例の図6に比べて全域に亘って微細均一であった。比較例では図6のように、固相である初晶のみがゲート側に残存し、液相が優先的に蛇型の部分に流れたことを示す共晶組織を多く含む組織になっており、成形品の組織は合金本来の組織とは異なる。具体的に言えば、比較例9では昇温速度が遅いためにas-cast材中の共晶が固溶し、その結果球状化速度が遅くなり、十分に球状化した組織が得られにくい。比較例10では鋳造温度が高いために結晶粒径が大きく、そのために粗大な不定形粒子を多く含む組織しか得られない。比較例11では球状化処理時間が短いために十分には球状化した組織が得られない。比較例12では球状化処理時間が長いために球状組織が粗大化する。これらの理由から比較例では上記現象が発生したものと考えられる。一方、本発明サンプルでは、低温鋳造であるためにいずれも微細な等軸晶組織が得られる。また、マグネ合金に

Sr添加、Si、Sr複合添加、Ca添加が行われた場合、あるいはアルミ合金にTi、B複合添加が行われた場合あるいは铸造中に振動を与えた場合にはさらに細かい等軸晶組織が得られる。これらの組織を有する铸造材では容易に球状化が進行し、チクソ成形により均一な組織の試料が得られる。

【0011】

【発明の効果】以上説明したことからも明らかなように、本発明に係わる半熔融金属の成形方法では、铸造直前の過熱度が液相線に対して30℃未満の最大固溶限内の各種アルミ、マグネ合金の溶湯を1.0℃/秒以上の凝固区間冷却速度で铸造し、得られた試料を溶解度線から固相線までを0.5℃/min以上の速度で昇温し、さらに固相線を超える温度領域で5～60分間保持して初晶を球状化した後、液相線以下の成形温度まで昇温しその後加圧成形したことにより、従来の機械攪拌法、電磁攪拌法によらずに簡便容易に、かつ、低コストでチクソ組織を有する微細均一な優れた成形体を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

\*20

番号	合金の種類	铸造温度 (℃)	振動処理 なし ○ 有	昇温速度 (℃/分)	球状化処理 (℃)×(分)	成形品の均質性 ○ 良 △ 並	
1	MC2	620	—	50	560×20	○	本 発 明 の サ ン プ ル
2	MC2	620	—	5	550×30	○	
3	MC2 (Si 0.3%, Sr 0.02%)	623	—	5	560×30	○	
4	MC2 (Ca 0.2%)	623	—	5	560×30	○	
5	MC2 (Sr 0.02%)	623	—	5	560×30	○	
6	AC7A	655	—	5	580×30	○	
7	AC7A (Ti 0.18%, B 0.005%)	655	—	5	585×20	○	
8	MC2	623	○	5	550×65	○	
9	MC2	620	—	0.3	565×20	△	比 較 例
10	MC2	680	—	5	565×20	△	
11	MC2	620	—	5	560×1	△	
12	MC2	620	—	5	560×120	△	

＜備考＞ MC2 : Mg-9%Al-0.8%Zn

AC7A : Al-5.0%Mg-0.4%Mn

\*【図1】本発明の実施例に係る半熔融金属の成形方法を示す工程説明図である。

【図2】本発明の実施例に係る蛇型試料用金型の正面図である。

【図3】本発明の実施例に係る代表的なマグネ合金の平衡状態図である。

【図4】本発明の実施例に係る代表的なアルミ合金の平衡状態図である。

【図5】本発明の実施例に係る成形品の金属組織を示す顕微鏡写真図である。

【図6】従来铸造法による成形品（比較品）の金属組織を示す顕微鏡写真図である。

【図7】従来のチクソ铸造法による成形方法を示す工程説明図である。

【符号の説明】

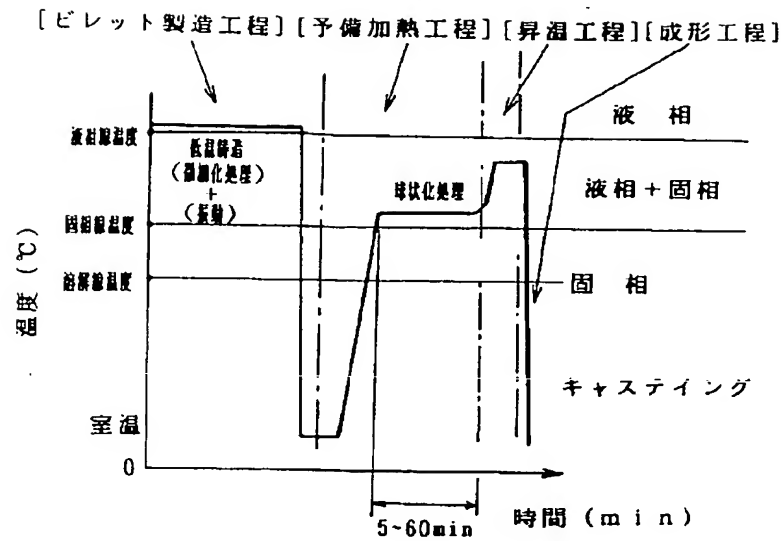
1 蛇型試料用金型

2 エアレント

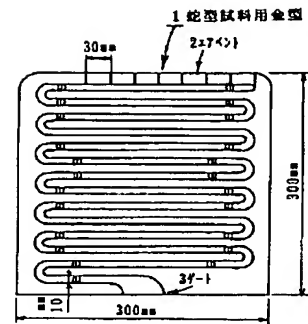
3 ゲート

【表1】

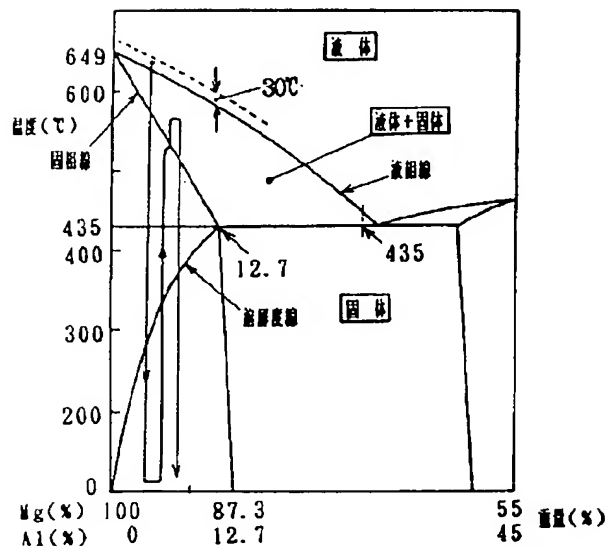
【図1】



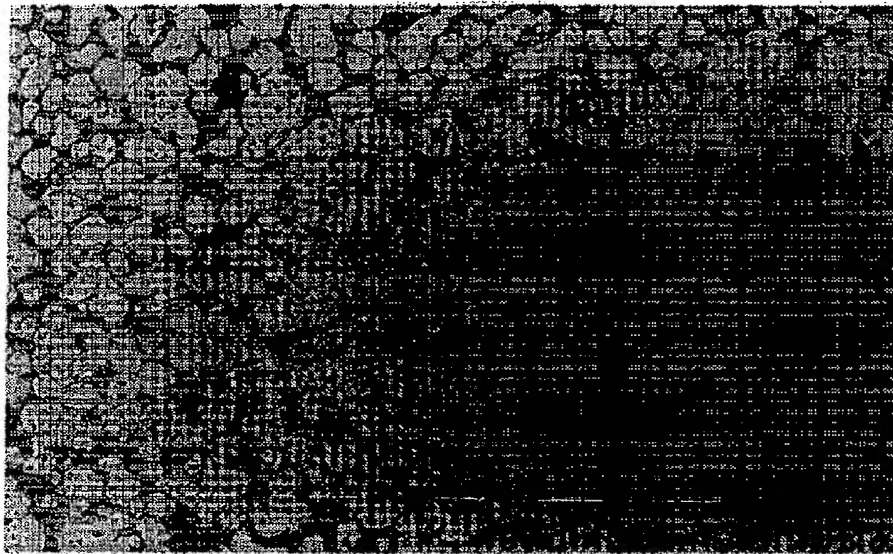
【図2】



【図3】

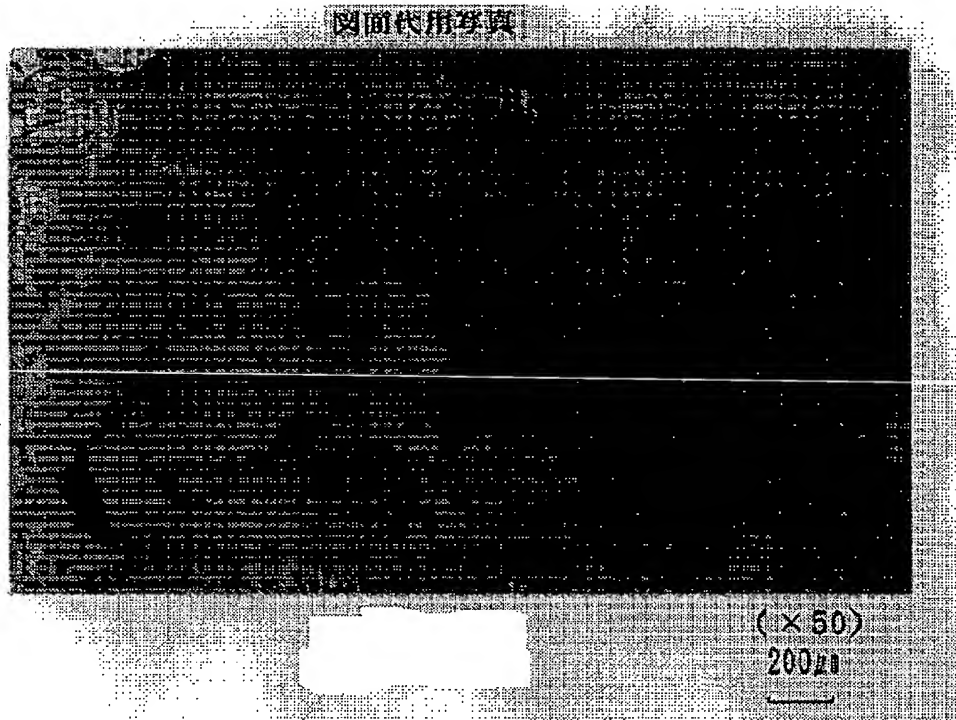


## 図面代用写真



(x 50)  
200da

【図6】



【図7】

